

# EUROPEAN PATENT OFFICE

## Patent Abstracts of Japan

PUBLICATION NUMBER : 02046427  
PUBLICATION DATE : 15-02-90

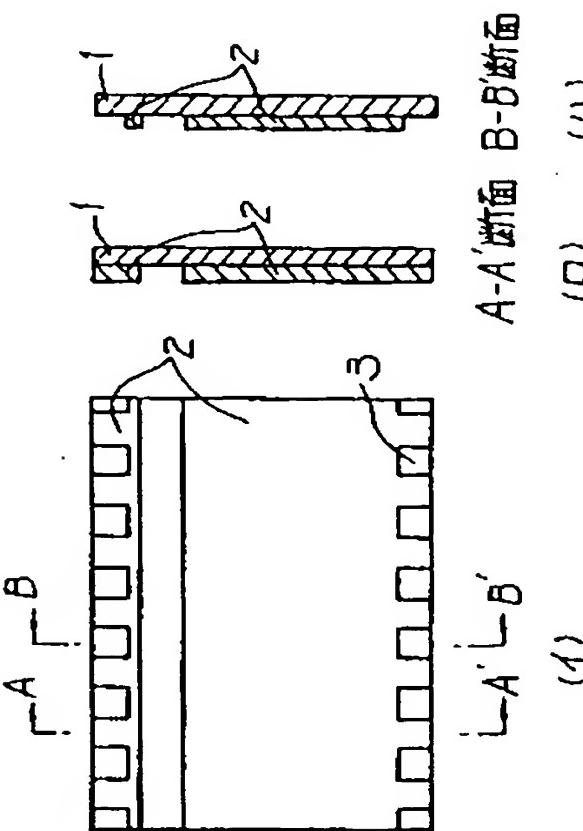
APPLICATION DATE : 06-08-88  
APPLICATION NUMBER : 63196342

APPLICANT : NIKON CORP;

INVENTOR : SAITO TADAHIKO;

INT.CL. : G02F 1/153 G09F 9/30

TITLE : ELECTROCHROMIC ELEMENT  
HAVING INCREASED WEATHER  
RESISTANCE



ABSTRACT : PURPOSE: To prevent delamination of a substrate in an electrochromic element and to increase weather resistance of the element by providing a bared parts to the periphery of the substrate and allowing the substrate to contact directly with an adhesive agent.

CONSTITUTION: After forming a transparent electrode layer 2 on the whole surface of a glass substrate by vapor-depositing ITO, a part of the substrate 1 is bared by forming a bared parts 3 by etching the ITO layer by the photolithographic method. An oxidation coloring type EC layer, an ion-conductive layer, and a reduction coloring type EC layer are laminated thereon successively, then, an upper electrode layer is provided. Thereafter, a sealing plate is pasted by applying an adhesive, and an EC element is completed. As the result, the delamination of the sealing plate is prevented because the substrate 1 is allowed to contact directly with the adhesive, and the weather resistance of the EC element is improved because invasion of moisture, etc., is prevented.

COPYRIGHT: (C)1990,JPO&Japio

⑯ 日本国特許庁 (JP)

⑮ 特許出願公開

⑰ 公開特許公報 (A)

平2-46427

⑯ Int. Cl.<sup>5</sup>

G 02 F 1/153  
G 09 F 9/30

識別記号

3 8 0

序内整理番号

7204-2H  
8838-5C

⑮ 公開 平成2年(1990)2月15日

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全5頁)

⑯ 発明の名称 耐候性を増したエレクトロクロミック素子

⑰ 特願 昭63-196342

⑰ 出願 昭63(1988)8月6日

⑰ 発明者 斎藤 忠彦 東京都品川区西大井1丁目6番3号 株式会社ニコン大井  
製作所内

⑰ 出願人 株式会社ニコン 東京都千代田区丸の内3丁目2番3号

⑰ 代理人 弁理士 渡辺 隆男

明細書

1. 発明の名称

耐候性を増したエレクトロクロミック素子

2. 特許請求の範囲

基板上に、最下部を透明電極層、最上部を上部電極層、中間部を少なくともエレクトロクロミック層とイオン導電層で形成し、封止板と接着剤で封止してなるエレクトロクロミック素子において、前記基板の周辺部に、前記基板の少なくとも一部が露出する露出部を形成するように、前記透明電極層を形成し、前記露出部と前記接着剤を直接接触させたことを特徴とするエレクトロクロミック素子。

前記基板の周辺部に、前記基板の少なくとも一部が露出する露出部を形成するように、前記透明電極層を形成し、前記露出部と前記接着剤を直接接触させたことを特徴とするエレクトロクロミック素子。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は耐候性を増すために改良したエレクトロクロミック素子に関するものである。

以下エレクトロクロミックを「EC」と略称する。

〔従来の技術〕

電圧を印加すると、可逆的に電解酸化または還元反応が起こり、可逆的に着消色する現象をエレクトロクロミズムと言う。

このような現象を示すEC物質を用いて、電圧操作により着消色するEC素子を作り、光量制御素子や各種表示用素子に利用する試みがなされている。

EC素子の好ましい薄膜タイプの構造の一例を示すと、①電極層/EC層/イオン導電層/電極層のような4層構造、②電極層/還元着色型EC層/イオン導電層/可逆的電解酸化層ないし酸化着色型EC層/電極層のような5層構造があげられる。この場合、電極層の少なくとも一方は透明でなければならない。

透明電極の材料としては、例えばSnO<sub>2</sub>、In<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、ITOなどが使用される。このような電極層は、一般には真空蒸着、イオンプレーティング、スパッタリングなどの真空薄膜形成技術で形成される。(還元着色性)EC層としては

特開平 2-46427(2)

一般に  $WO_3$ 、 $MoO_3$  などが使用される。

イオン導電層としては、例えば酸化ケイ素、酸化タンタル、酸化チタン、酸化アルミニウム、酸化ニオブ、酸化ジルコニアム、酸化ハフニウム、酸化ランタン、フッ化マグネシウムなどが使用される。これらの物質薄膜は製造方法により電子に対して絶縁体であるが、プロトン ( $H^+$ ) およびヒドロキシイオン ( $OH^-$ ) に対しては良導体となる。EC層の着色消色反応にはカチオンが必要とされ、 $H^+$  イオンや  $Li^+$  イオンを EC 層その他に含有させる必要がある。 $H^+$  イオンは初めからイオンである必要はなく、電圧が印加されたときに  $H^+$  イオンが生じればよく、従って  $H^+$  イオンの代わりに水を含有させてもよい。この水は非常に少なくて十分であり、しばしば、大気中から自然に侵入をする水分でも着消色する。

EC層とイオン導電層とは、どちらを上にしても下にしてもよい。さらに EC 層に対して間にイオン導電層を挟んで可逆的電解酸化層ないし酸化着色型 EC 層又は触媒層を配設してもよい。この

- 3 -

剥離を兼ねた上部電極層 (7) を形成させる。

(VI) 透明電極層 (2) で形成された前記下部電極層と上部電極取り出し口のそれぞれの一部に、金属端子 (8) を取りつける。

(VII) 接着剤 (9) を塗布し、封止板 (10) を貼り合わせて封止する。

以上の工程にて全固体型反射型 EC 素子が製作される。

このようにして製作した前記 EC 素子に金属端子 (8) を通じて駆動電源から着色電圧を印加すると、EC 層が着色して反射率が低下する。この状態は電圧印加を止めても保持される。次に逆電圧を印加すると EC 層は消色して反射率は元に戻る。

(発明が解決しようとする課題)

上記の如き従来技術に於いては、EC 素子の構成する少なくとも EC 層、イオン導電層、及び電極層の保護のために、接着剤、封止板などで封止される。その EC 素子の封止状態を確認するため

ような層としては、例えば酸化ないし水酸化シリカ、同じくニッケル、同じくクロム、同じくバナジウム、同じくルテニウム、同じくロジウムなどがあげられる。これらの物質は、イオン導電層又は透明電極中に分散されていても良いし、それらの構成物質を分散して含有していてもよい。

ここで全固体型反射型 EC 素子の製作方法を第 3 図、第 4 図にて一例を示し、工程に従って説明する。

(I) まず基板 (1) の上面に透明電極層 (2) を形成し、それを分割して下部電極層 (広い方) と上部電極取り出し口 (狭い方) とする。(第 4 図参照)

(II) 酸化着色物質からなる酸化着色型 EC 層 (4) を積層させる。

(III) 電解物質からなるイオン導電層 (5) を積層させる。

(IV) 還元着色物質からなる還元着色型 EC 層 (6) を積層させる。

(V) アルミニウム、銀などの膜を積層させ、反

- 4 -

に、各種耐候試験が行なわれるが、最近、EC 素子の用途が広がるにつれて、より長期の耐候試験が行なわれるようになった。

その結果、EC 素子に干渉模様が発生したり、通電時には着色のムラなどの欠陥が生ずる問題のあることが判った。また反射膜を設けた構成の反射型 EC 素子においては、反射膜の腐食、溶解、流出によって機能が損なられるという問題が発生した。

本発明はこのような従来の課題を解決するため、EC 素子の保護を確実にして耐候性を向上させることを目的とする。

(課題を解決する為の手段)

前記課題を解決するために、鋭意研究の結果、EC 素子の透明電極層と接着剤の密着が弱く、長期耐候性試験に供した場合、接着境界面に剥離が発生し、その部分から次第に浸透されることが、前記問題点及び欠点の原因であることを突き止め、その対策を施すことにより課題が解決されることを見出し、本発明を成すに至った。

特開平 2-46427(3)

したがって、本発明は基板上に、最下部を透明電極層、最上部を上部電極層、中間部を少なくともエレクトロクロミック層とイオン導電層で形成し、封止板と接着剤で封止してなるエレクトロクロミック素子において、

前記基板の周辺部に、前記基板の少なくとも一部が露出する露出部を形成するように、前記透明電極層を形成し、前記露出部と前記接着剤を直接接触させたことを課題解決の手段とするものである。

【作用】

本発明に於いては、基板の少なくとも一部を露出させることにより、基板と接着剤とを直接接觸させたので、より強固な接着力が得られ、その結果接着境界面での剥離を防止することが出来る。しかるに従来よりの課題である耐候性が向上される結果となった。

ちなみに、接着剤としては硬化時に体積収縮が小さく、非溶媒性、熱硬化性のエポキシ系接着剤などが一般に使用されるが、これら接着剤の基板

面に対する接着力は透明電極膜に対する接着力よりも強く、特に通常用いられるガラス基板とエポキシ接着剤との場合には、その差が著しいことが実験で確かめられている。その理由は明らかではないが、エポキシ接着剤中の親水性基がガラス表面のシラノール基と強固な結合を作りやすいこと、透明電極膜の膜面は基板表面と比較して凸凹が大きいため、有効な接着面積が小さく、また水分などを吸着しやすいためだと考えられる。

【実施例】

第1図、第2図は本発明の実施例であって、 $150 \times 80 \times 2$  mmのガラス基板(1)に真空蒸着法により、基板全面にITO(酸化インジウムと酸化スズとの混合物)を蒸着して透明電極層(2)を形成した後、フォトリソプロセスにより、第1図に示す形状にエッチング処理して、前記透明電極層(2)を2つに分割し、下部電極層(広い方)と上部電極取出し口(狭い方)にすると共に、前記下部電極層と上部電極引出し口のそれぞれに基板の露出部(3)を設けた。またその大き

- 7 -

さは $3 \times 3$  mmとした。

前記エッチング処理後の基板上に真空蒸着法により、酸化着色型EC層(4)として酸化イリジウム/酸化スズ膜、イオン導電層(5)として五酸化タンタル膜、還元着色型EC層(6)として三酸化タンクス滕を順次蒸着して積層させ、さらに反射膜を兼ねた上部電極層(7)であるアルミニウムを蒸着した。次に、前記下部電極層と前記上部電極取出し口のそれぞれの一部に金属端子(8)を取り付けた後、不図示の工程ではあるが、従来技術と同様に接着剤を塗布し、封止板を貼り合わせて封止を行ない加熱硬化させた。

こうして得られたEC素子に、金属端子(8)を通して±1.3 Vの電圧を交互に印加したところ反射率が50%から10%の範囲で変化した。

次に、このEC素子に耐候試験を行なった。塩水噴霧4時間と熱風乾燥2時間と湿潤2時間の複合サイクル腐食試験を実施したところ、基板の露出部(3)を設けない従来の素子は、60サイクル以内でアルミニウム膜の腐食が発生したが、本

- 8 -

実施例による素子では100サイクル経過後も変化が認められなかった。

尚、実施例では基板の露出部(3)を正方形で等間隔に設けてあるが、露出部の配設、形状は基板の周辺部であれば特にこだわらず、金属端子(8)と透明電極層(2)との接続を可能にする範囲であれば、基板周辺部全体を露出してもよい。

また金属端子(8)は、透明電極層(2)の一部に接続するものを使用しているが、基板(1)の端面にならった長い端子を使用してもよい。この場合金属端子(8)は、上片に切り欠き部を設けたもの(第5図参照)を使用し、切り欠き部に相当する部分の透明電極層(2)に露出部を設ける。

【発明の効果】

本発明によれば、基板に露出部を設けることにより接着力が向上し、接着剤境界面での剥離が防止され、剥離部からの水分の侵入などによる悪影響がなくなり、その結果、EC素子の耐候性を増すことが出来る。

4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明による透明電極層を基板上に設けた図であり、(イ)は平面図、(ロ)はA-A'断面図、(ハ)はB-B'断面図である。

第2図は第1図の後工程の図であり、酸化着色型EC層、イオン導電層、還元着色型EC層、上部電極を積層させた後に、金属端子を取り付けた状態を示し、(イ)は平面図、(ロ)はC-C'断面図である。

第3図は従来技術におけるEC素子の製作工程を説明した断面図である。

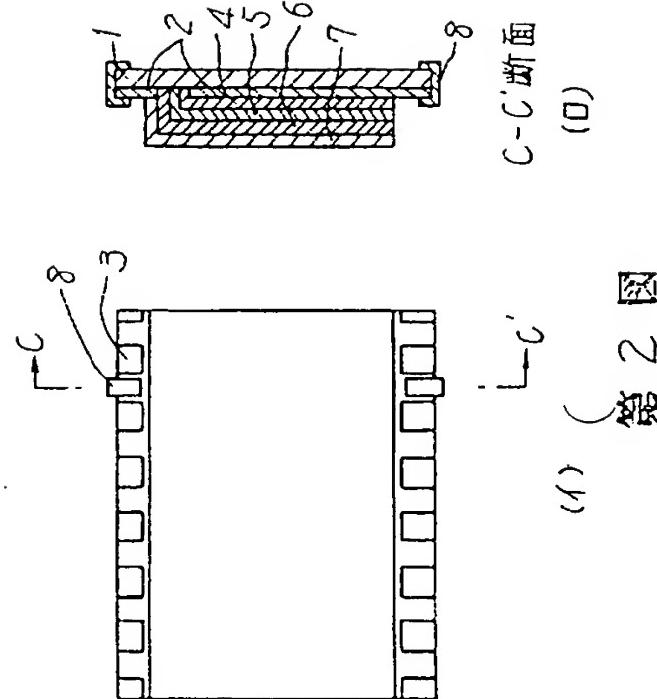
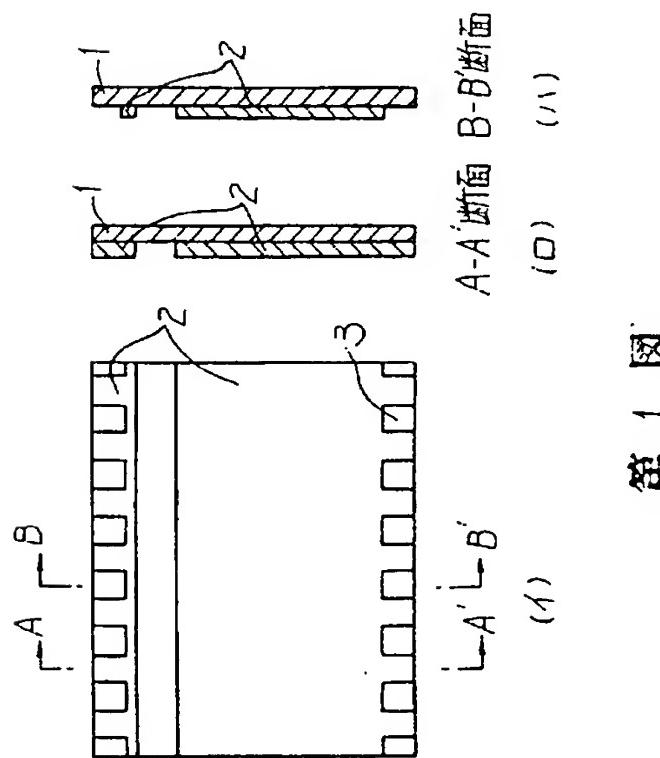
第4図は第3図の(1)工程の平面図である。

第5図は長い金属端子の使用例を示す図である。

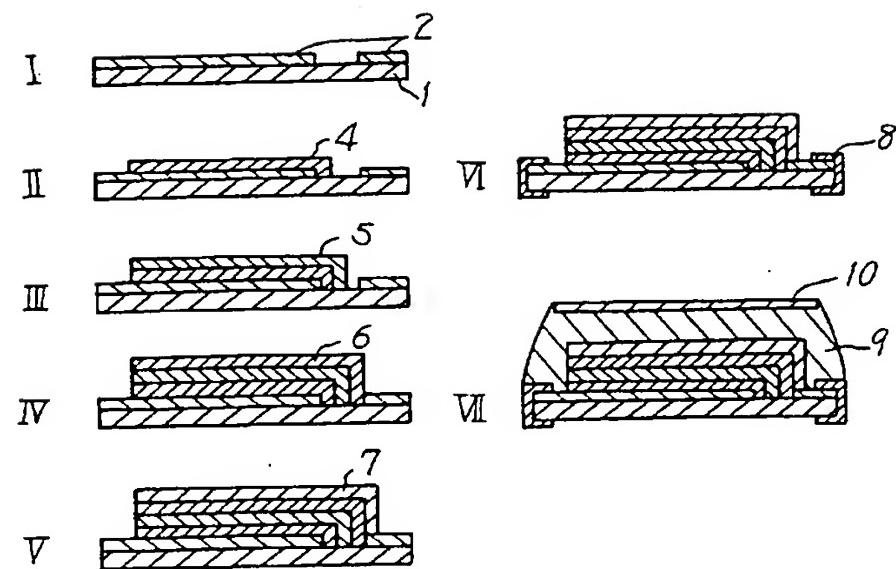
(主要部分の符号の説明)

- 1…基板、 2…透明電極層、 3…露出部、
- 4…酸化着色型EC層、 5…イオン導電層、
- 6…還元着色型EC層、 7…上部電極層、
- 8…金属端子、 9…接着剤、 10…封止板、

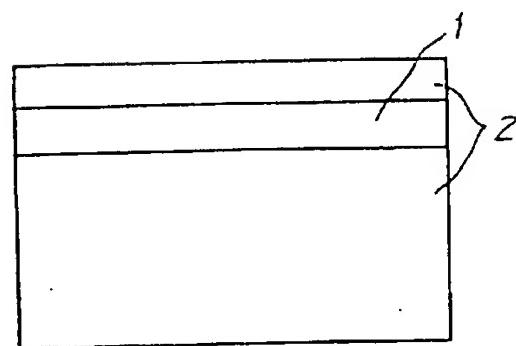
- 11 -



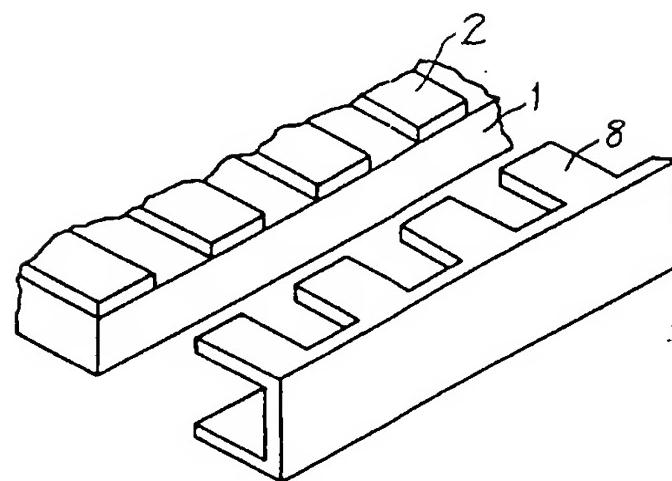
特開平 2-46427(5)



第3図



第4図



第5図